

## 公開特許公報

昭53—134776

⑤Int. Cl.<sup>2</sup> 識別記号 ⑥日本分類 庁内整理番号 ④公開 昭和53年(1978)11月24日  
 B 01 D 13/00 13(7) D 4 7433—4 A  
 B 01 D 31/00 13(7) D 41 7433—4 A 発明の数 2  
 13(7) D 42 7433—4 A 審査請求 未請求

(全 6 頁)

④中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出方法およびその装置

①特 願 昭52—50416

②出 願 昭52(1977)4月28日

⑦発 明 者 山内和久

倉敷市安江550—1

⑦発 明 者 田中卓

倉敷市酒津1652—1

同

川井収治

倉敷市酒津1660

⑦出 願 人 株式会社クラレ

倉敷市酒津1621番地

⑦代 理 人 弁理士 本多堅

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出方法およびその装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 1又はそれ以上の中空繊維束が筐体内に収納され、1以上の端部で接着固定された中空繊維流体処理モジュールを乾燥状態に保持したまま筐体内に収納された中空繊維の外面に加圧ガスを供給し、該中空繊維束接着端部のリーク箇所より加圧ガスを漏洩させ、光学システムを用いて該漏洩ガスの流出状況に応じた屈折現象を検出することを特徴とする中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出方法。

2 光源部、光の屈折現象を増巾する光路部及び該光路部中の屈折現象を検出する映像部よりなる光学系システム装置であつて、光路部内に中空繊維流体処理モジュールの中空繊維束接着端部を位置する支持装置を有し、かつ該中空繊維流体処理モジュールはその筐体内の中空繊維外面に加圧ガ

スを供給する手段と連結してなることを特徴とする中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出装置。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は1又はそれ以上の中空繊維束が筐体内に収納され、1以上の端部で接着固定された中空繊維流体処理モジュールにおいて液体を一切使用することなく乾燥状態に保持したまま、中空繊維流体処理モジュールの漏えい箇所を検出する方法及び装置に関するものである。近年分離性膜が多数の中空繊維体(Hollow Fiber)の形をしている流体分離装置は良く知られている。このような装置は透析、限外濾過、逆浸透、ガス状混合物の分離等に広範囲に使用されてきている。

これらに使用されている分離性膜材としては、繊維素またはその誘導体からなるものが主として用いられている。しかしそれ以外にも選択性膜の素材として、いろいろなものが考えられてきており、例えばポリアクリロニトリル、ポリメチルメタアクリレート、ポリビニルアルコール、エチレンービニルアルコール共重合体等がかなりの研究

レベルにあることはよく知られている。

これら分離膜は湿潤状態のもの即ち製造から使用時まで水系溶媒に湿潤した状態に保持されるものが大部分である。これは、分離膜が使用前に乾燥すると、膜の微細構造が変化し、選択透過性はほとんど又は全く消失することから不可避のことであつた。

さらに最近は上述の湿潤分離膜とは、異なつた乾燥分離膜も製造されるようになった。乾燥分離膜は、使用前に、乾燥状態を保持していても選択透過性が変化することなく、保存、輸送等その取扱性において有利な面を多く有している。

分離膜を生化学的医療用装置、例えば人工腎臓として使用する場合、膜の破損即ちリーク（もれ）は血液の損失を生ずるので、可及的に防がねばならない。即ち20000本の中空繊維当たり1ヶのリークさえも、医療用には許容されない。

従つて従来より中空繊維膜を組み込んだ流体処理装置について、リークテストは実施されて来た。これら従来のリークテストは、従来の湿潤状態の

(3)

ず、該方法を採用することもできない。

本発明者らはかかる問題につき鋭意研究の結果、従来のリークテストに用いられる原理とは全く別異の原理を利用することにより解決しうることを見出し、本発明を完成したのである。

即ち本発明は、1又はそれ以上の中空繊維束が管体内に収納され、1以上の端部で接着固定された中空繊維流体処理モジュールを乾燥状態に保持したまま管体内に収納された中空繊維の外面に加圧ガスを供給し、該中空繊維束接着端部のリーク箇所より加圧ガスを漏洩させ、光学システムを用いて該漏洩ガスの流出状況に応じた屈折現象を検出することを特徴とする中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出方法、および光源部、光の屈折現象を増巾する光路部及び該光路部中の屈折現象を検出する映像部よりなる光学系システム装置であつて、光路部内に中空繊維流体処理モジュールの中空繊維束接着端部を位置する支持装置を有し、かつ該中空繊維流体処理モジュールはその管体内の中空繊維外面に加圧ガスを供給する手段と連結し

(5)

特開昭53-134776(2)

膜で行われるものであり、例えば管体等に組み込んだ中空繊維の接着端部を水等の液体に浸漬し、管体側より中空繊維外側に空気等の気体を加圧状態で注入することにより、中空繊維のリーク箇所を通つた気体が、接着端部より気泡を生ぜしめるので、リークある中空繊維を見い出すことができる。

また、湿潤状態の中空繊維膜は気体の透過度が小さいので、中空繊維の外側に気体を圧入し、圧入側での気圧変動を観察すれば、リーク箇所による気体の異常流出を見い出すこともできる。

しかしながら、これらの方法は、乾燥分離性膜としての中空繊維に使用することはできない。なぜならば乾燥状態の中空繊維を湿潤状態にしたものを、更にドライアップすると膜の微細構造が変化し、選択透過性がほとんど又は全く消失し、本来の膜性能を失うからである。

さらに分離性膜は一般に乾燥状態では気体の透過度が大きいため、前述した気圧変動（圧力減少と云うこともある）法による差圧が實際上識別でき

(4)

てなることを特徴とする中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出装置である。

まず本発明方法について説明する。

本発明者らがまず考慮したことは、乾燥膜を乾燥状態を保つたままテストするため、気体を使用すべき点であつた。そして気体を使用するリークテスト法においては従来の気泡又は圧損を観察する手段がとれないため、全く新しい手段を導入しなければならないことであつた。本発明者らは気体の移動を別の現象に変換してみることが可能か否か種々検討の結果、該現象が光の屈折現象に変換可能であることを見出した。

即ち、中空繊維の外側に炭酸ガス、フロンガスの如く空気と屈折率の異なるガスを圧入し、中空繊維のリーク箇所を通過して接着端部より流出する気体を屈折現象を利用して発見する方法である。気体及び光の屈折現象を利用するため、中空繊維は完全に乾燥状態を保持でき、かつ何らの薬剤も使用しないので、膜を汚染することもない。

従つて乾燥中空繊維膜のリークテスト法として、

(6)

極めて有効なものである。

使用できる中空繊維は、乾燥状態のものであれば素材はいかなるものでもよく、セルロース系、PVA系、EVA系、ポリメチルメタクリル系、ポリアクリロニトリル系等がある。また可塑剤等を含んだものも乾燥膜としてあつかうことができる。

本発明にて利用する屈折現象は、上述した気体の流出状態が肉眼で観察できるものでなければならず、シュリーレン効果が最適に利用できる。ここで云うシュリーレン効果とは、気体の濃度差に併う屈折率差を光学的に鮮明化して観察することを云う。

シュリーレン効果を利用する方法では、1又はそれ以上の中空繊維束が筐体内に収納され、1以上の端部で接着固定された中空繊維流体処理モジュールを乾燥状態に保持したまま、筐体内に収納された中空繊維の外面に加圧ガスを供給し、該中空繊維束接着端部のリーク箇所より加圧ガスを漏洩させ、該漏洩ガスの流出状況に応じた屈折現象を

(7)

処理モジュール6の端部からの漏洩ガスの流出状況に応じた屈折現象を拡大し、ナイフエッジ7を経てスクリーン8上にモジュール端部の漏洩ガスの流出状態を明暗像として映し出す。この方式は0による収差のあることと映像がミラーの為に二重に見えることが欠点である。

第3図に示すプリズム法は直接法による欠点を補うために考えられた方式であり、前記の二重像は略一致する。この方式では光路形成のためにプリズム9が用いられる。調整の困難なことがこの方式の欠点である。

第4図は半透明鏡法の光学系を示している。この方式では半透明鏡10が使われ、往復光路を完全に一致させることが出来、しかも調整は比較的容易である。光が半透明鏡を通過するために、光量が半減し、映像が暗くなるのが欠点である。

第5図は、二面对向法の光学系を示すものである。この方式は、光源からの光線を、対向した二面の凹面鏡4、4'間に導びいて平行線による光路部5を形成し、該光路中に位置する検体6の像を映像

(9)

特開昭53-134776(3)

シュリーレン装置により観察し漏洩箇所を見いだすものである。

シュリーレン測定法としては直接法、プリズム法、半透明鏡法、二面对向法等があるがいずれの方式を用いても可能である。

本発明方法に用いる、光学系システム装置を略図をもつて説明する。

最も簡単な光源装置を第1図に示す。光源ランプ1は白色光線の他にヘリウム-ネオンレーザー光線が好適である。特に20mw以上の出力を有するレーザー光線を用いると、映像部に得られるシュリーレン像が鮮明で明室での操作が可能となり、作業性が非常に向上する。またコンデンサーレンズ2の代りに凹面鏡を使用してもよい。

光の屈折現象を増巾する光路部及び該光路部中における中空繊維流体処理モジュールの位置ならびに屈折現象を検出する映像部を次に説明する。第2図は直接法と呼ばれ、0は小さい程良好な結果が得られる。ピンホール板3を通った光は凹面鏡4で反射し、光路部5内に置かれた中空繊維流体

(8)

部で検出するものである。本方式によれば、視野が広く最も鮮明な映像が得られ、平行光線の光路部により検体の位置的变化が映像感度に、影響しないという利点を有する。

第2～5図のいずれの光学系においても映像部は白もしくは淡色の無地のスクリーンであつて通常布、紙、フィルム等に用いられる材質のものが好ましい。またスクリーンの前のナイフエッジを除いた光学系によつても観察可能な映像が得られる。光路部において検体となる流体処理モジュールを固定する手段としては物理化学実験等で汎用される支持装置(図示せず)が好適であり、又加圧ガスを供給する手段としては、ガスボンベ調圧弁一流量計からなる加圧ガス供給部と検体と該供給部を接続する配管部(図示せず)が必要である。以上の光学等システムを用いることによつて、モジュール端部の気体の流出状況が映像部に肉眼で観察され、中空繊維破損もしくは中空繊維と端部接着剤との接合不良によるリークの有無が容易に判定される。一般にシュリーレン法は、原理的には

(10)

投影法であることにより投影面に垂直方向の奥行方向におけるガスの発生が生起する開口部の位置づけが困難である。これは例えば次の手段によっても容易に補い得る。まず、モジュール筐体に対する一方からの投影像よりガス発生箇所の位置づけをし、更に筐体をその中心を軸にして $90^\circ$ 回転させその方向からの投影像よりガス発生箇所の位置づけをすることにより、ガスの発生が生起する開口部を点として見出すことが出来る。

この操作を第6図で説明する。モジュール端部6に配置された中空繊維部の漏えいにより生起されたガスの発生開口部11はX軸投影像からX軸の位置 $X_i$ が決定され、更に筐体を $90^\circ$ 回転させることによりY軸投影像からY軸の位置 $Y_i$ が決定される。これらの操作によりモジュール端部でのリーク箇所12はX、Y座標の交点( $X_i$ ,  $Y_i$ )点として認知され、該開口部を通常の方法により補修することを可能にする。

以下に実施例を示すが、試験用モジュールの製造にはリークをもつ繊維を故意に用いた。

(11)

繊維の接着端部を水に浸漬し、筐体側より中空繊維外側に空気を加圧状態で注入することにより、漏えいを調査したがいずれにおいてもリーク箇所の補修は完全であつた。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明装置に用いる光源部の構造を示す概略図であり、第2～5図は、いずれも本発明方法を実施する装置の各例を示す概略図である。第6図はモジュール端部のリーク箇所を撮定する操作を説明する図である。

特許出願人 株式会社 ク ラ レ  
代 理 人 弁 理 士 本 多 堅

(13)

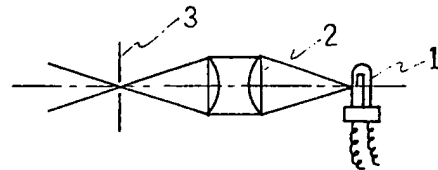
#### 実施例

人工腎臓に用いる乾燥状態のエチレンービニルアルコール共重体中空繊維(内径 $400\mu$ 、外径 $500\mu$ )5000本を丸型筐体(外径50mm)に医療用ポリウレタン樹脂を用いて、中空繊維末端を接着固定した。

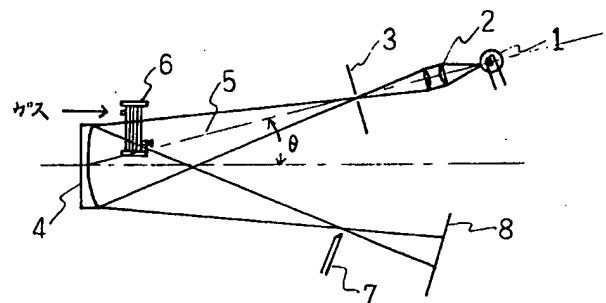
この人工腎臓用モジュールを乾燥状態に保持したまま、筐体内に収納された中空繊維の外面に炭酸ガスを $0.2\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で供給し、中空繊維束接着端部の開口部でのガス流出状況を第5図に示すシュリーレン光学系でもつて観察した。中空繊維の漏えい部が皆無であるモジュールにおいては中空繊維束接着端部の開口部での急激なガス流出は認められずその鑑別は容易であつた。一方漏えい繊維が数本あるモジュールにおいては中空繊維束接着端部の開口部からのガス流出が明瞭に観察され、前述の筐体を $90^\circ$ 回転させる方法を採用することにより、ガスの発生箇所を撮定することができた。そのガス漏洩箇所にポリウレタン樹脂を注入し、ガス漏洩を止めた。この補修済モジュールは中空

(12)

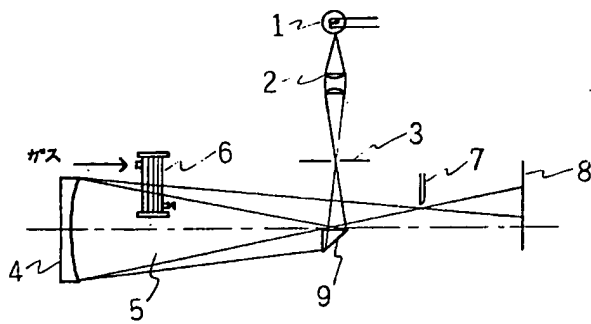
第1図



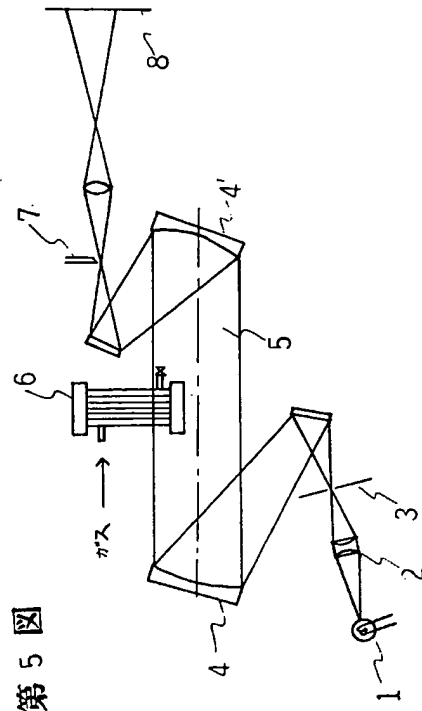
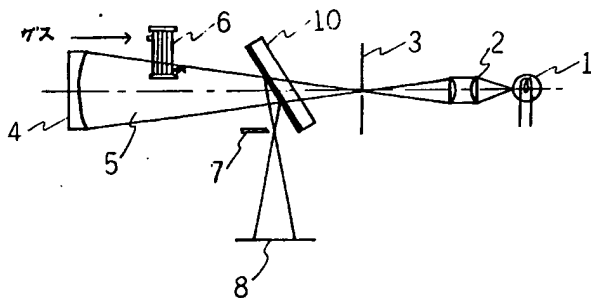
第2図



第 3 図



第 4 図

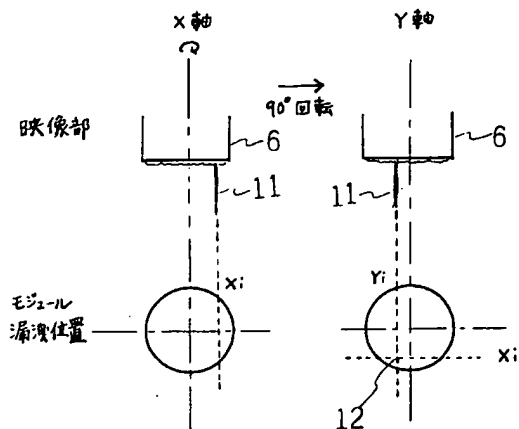


第 5 図

手続補正書 (自発)

昭和 55 年 4 月 16 日

第 6 図



特許庁長官 熊谷 善二 殿

1. 事件の表示

特願 昭 52-50416 号

2. 発明の名称

中空繊維流体処理モジュールの漏洩部検出方法およびその装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

倉敷市酒津 1621 番地

(108) 株式会社 クラレ

代表取締役 岡 林 次 男

4. 代理人

倉敷市酒津 青山 2045 の 1

株式会社 クラレ 内

電話 倉敷 0864(23) 2271 (代表)

(6747) 弁護士 本 多 堅

(東京連絡先)

株式会社クラレ特許部(東京支社内)

電話 東京 03(277) 3182

5. 補正の対象

願の添付 類目録の欄、明細の発明の詳細な説明の欄、同図面の簡単な説明の欄及び図面。

## 6. 補正の内容

(1) 願 の添付書類の目録の欄において「図面 4 葉」を「図面 5 葉」と訂正する。

(2) 明細 第 6 頁 13 行目にある「フレオンガス」の後に「、メタンガス」を挿入する。

(3) 同第 10 頁 4～5 行間に以下を挿入する。  
「第 6 図はナイフエッジを用いない直接法を示している。光源は図に示すレーザーの他通常の白色光も使用できる。凹面鏡を反射した光の光路に直接スクリーン 8 をおいて、該スクリーン上に明暗像をみることができる。本直接法は光学システムを構成する部品が少なくてすむ点および光路系の調整が容易であるとの利点がある。」

(4) 同第 10 頁 5 行目にある「2～5」を「2～6」と訂正する。

(5) 同第 10 頁 15～16 行間に以下を挿入する。  
「なお該支持装置は、モジュールの接着端部を光路内で回転するように適当な回転機構を組み込んだものとすれば、後述のリーク個所の同定作業の際に便利である。」

(6) 同第 11 頁 10 行目にある「第 6 図」を「第 7 図」と訂正する。

(7) 同第 11 頁 18 行目にある「……可能にする」の後に「なおリーク個所の同定操作は、上述の方法の他種々の態様で実施できるのは当然である。」を挿入する。

(8) 同第 13 頁 7 行目及び 9 行目にある「第 2～5 図」及び「第 6 図」をそれぞれ「第 2～6 図」及び「第 7 図」と訂正する。

(9) 明細書に添付された第 6 図を第 7 図と訂正する。

00 新たに第 6 図を別紙の通り追加する。

以上

(2)

(3)

第 6 図

